

LUBRICATING OIL

Patent number: JP2003119482
Publication date: 2003-04-23
Inventor: KAWAHARA YASUYUKI; TAKAHASHI KOJI; TAKII
MAKIKO; TOMIZAWA HIROTAKA
Applicant: NEW JAPAN CHEM CO LTD
Classification:
- **international:** C10M105/38
- **european:**
Application number: JP20010312125 20011010
Priority number(s):

Abstract of JP2003119482

PROBLEM TO BE SOLVED: To produce a lubricating oil having a low viscosity and excellent heat resistance and low-temperature fluidity.

SOLUTION: This lubricating oil comprises a diester represented by formula (1) [wherein, R<1> and R<2> are each the same or different and denote each a 3-17C straight-chain alkyl group; and A denotes a residue of a 2-10C straight-chain aliphatic dihydric alcohol or a 2-10C branched-chain aliphatic dihydric alcohol having one or two branched chains, with the proviso that the two branched chains are not bound to a same carbon atom when A has the two branched chains].

Data supplied from the **esp@cenet** database - Patent Abstracts of Japan

BEST AVAILABLE COPY

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2003-119482

(P 2 0 0 3 - 1 1 9 4 8 2 A)

(43) 公開日 平成15年4月23日(2003.4.23)

(51) Int. Cl. ⁷	識別記号	F I	テーマコード (参考)
C10M105/38		C10M105/38	4H104
// C10N 30:00		C10N 30:00	Z
30:02		30:02	
30:08		30:08	
40:02		40:02	

審査請求 未請求 請求項の数 5 O L (全19頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号	特願2001-312125(P 2001-312125)	(71) 出願人	000191250 新日本理化株式会社 京都府京都市伏見区葭島矢倉町13番地
(22) 出願日	平成13年10月10日(2001.10.10)	(72) 発明者	川原 康行 京都府京都市伏見区葭島矢倉町13番地 新 日本理化株式会社内
		(72) 発明者	高橋 孝司 京都府京都市伏見区葭島矢倉町13番地 新 日本理化株式会社内
		(72) 発明者	滝井 真希子 京都府京都市伏見区葭島矢倉町13番地 新 日本理化株式会社内

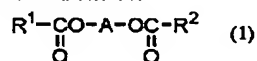
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 潤滑油

(57) 【要約】

【目的】 低粘度であり、且つ、耐熱性、低温流動性に優れた潤滑油を提供する。

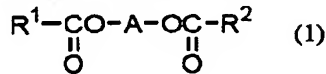
【構成】 一般式(1)で表されるジエステルを含有することを特徴とする潤滑油。



[式中、R¹、R²は、同一又は異なって、炭素数3～17の直鎖状アルキル基を表す。Aは炭素数2～10の直鎖状又は1個若しくは2個の分岐鎖を有する脂肪族二価アルコールの残基を表す。但し、Aが2個の分岐鎖を有する場合、2個の分岐鎖は同一の炭素原子に結合していないものとする。]

【特許請求の範囲】

【請求項1】 一般式(1)で表されるジエステルを含有することを特徴とする潤滑油。



【式中、 R^1 、 R^2 は、同一又は異なって、炭素数3～17の直鎖状アルキル基を表す。Aは炭素数2～10の直鎖状又は1個若しくは2個の分岐鎖を有する脂肪族二価アルコールの残基を表す。但し、Aが2個の分岐鎖を有する場合、2個の分岐鎖は同一の炭素原子に結合していないものとする。】

【請求項2】 一般式(1)におけるAが、1個若しくは2個の分岐鎖を有する脂肪族二価アルコールの残基である請求項1に記載の潤滑油。

【請求項3】 エンジン油、ギヤ油、自動変速機油、及び／又はショックアブソーバー油として用いることを特徴とする請求項1に記載の潤滑油

【請求項4】 軸受用潤滑油として用いることを特徴とする請求項1に記載の潤滑油。

【請求項5】 冷凍機用潤滑油として用いることを特徴とする請求項1に記載の潤滑油。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、潤滑油に関し、より詳しくは、低粘度で耐熱性に優れる、有機酸エステルを含有する潤滑油、例えば自動車用潤滑油、工業用潤滑油及び船舶用潤滑油等、特に、エンジン油、ギヤ油、自動変速機油、ショックアブソーバー油等の自動車用潤滑油のほか、軸受用潤滑油、冷凍機用潤滑油等の工業用潤滑油に関するものである。

【0002】

【従来の技術】近年の地球温暖化問題に対して、自動車、家電、電子情報機器、工業用機械など様々な産業分野で機器の高効率化が検討されている。高効率化の検討の中で、使用する潤滑油についても種々改良が進められており、その効果的な方法の一つとして、粘性摩擦によるエネルギー損失を低減するために、潤滑油の低粘度化が進められている。

【0003】例えば、自動車用途では、エンジン油、ギヤ油、自動変速機油、ショックアブソーバー油など、各所に潤滑油が使用されている。これらの潤滑油に対しては、省燃費性能の向上を目的に低粘度で潤滑性能の高い潤滑油の検討が進められている。更に最近では、始動時や低温下での摩擦の低減に重点が置かれ、常温から低温に至る広い温度範囲で粘度が低く、摩擦抵抗の少ない潤滑油が必要となっている。

【0004】本用途においては、従来から鉱油が主に使用されてきているが、広い温度範囲で粘度が低いことを満足するためには、粘度指数が高い潤滑油、即ち、合成

炭化水素やエステル類の使用が必要となっている。このうち、エステル類としては、脂肪族二塩基酸と一価アルコールの反応から得られるジエステル（以下、「脂肪族二塩基酸ジエステル」という。）や、ネオペンチルポリオール（ネオペンチル型構造を有する多価アルコール）と脂肪族カルボン酸との反応によって得られるポリオールエステル（以下、「ポリオールエステル」という。）の使用が知られている。しかしながら、このような二塩基酸ジエステルやポリオールエステルを用いて低粘度化を検討する場合、より分子量の小さいエステルが使用されるが、最近の厳しい使用条件においては、低粘度のこれらのエステル類では、耐熱性、特に耐揮発性を満足することは困難となってきている。

【0005】また、軸受用潤滑油は、自動車（電装部品）、家電製品（エアコン、冷蔵庫など）、音響機器（CDプレーヤー、MDプレーヤーなど）等の各種モーターの軸受に使用されているが、近年では、コンピューター（記憶装置用モーター）、携帯電話（振動モーター）の急速な普及によりその需要が高まっている。また、最近では、機器の小型化、モーターの回転の高速化に伴い軸受に対する負荷が益々大きくなっており、より高い性能を有する潤滑油が求められている。

【0006】軸受用潤滑油に求められる性能としては、耐熱性（耐酸化安定性、耐揮発性、粘度変化が小さいこと）に優れること、広い温度範囲で使用できること、潤滑性に優れること、軸受材に対する影響の少ないこと等が挙げられる。中でも、軸受に対する負荷増大による温度の上昇が大きい点で、耐熱性が非常に重要視されている。

【0007】これまで軸受用潤滑油としては、ポリ- α -オレフィンなどの合成炭化水素油、脂肪族二塩基酸ジエステル、ポリオールエステルなどのエステル油を用いた潤滑油が優れた性能を有することが開示されている（特開平7-53984号、特開平9-125086号、特開平11-172267号など）。しかしながら、これらの潤滑油は使用条件の苛酷化に対して十分に耐えるものではなく、また、潤滑油の粘度が低くなると耐熱性、特に耐揮発性において劣るようになるため、省エネルギーに適した軸受用潤滑油の提供には至っていない。

【0008】また、冷凍機用潤滑油は、カーエアコン、冷凍冷蔵庫、ルームエアコン、或いは産業用大型冷凍機等の圧縮機に用いられる潤滑油である。従来、冷凍機用潤滑油としては、鉱油系潤滑油が主に用いられていたが、オゾン層破壊問題の観点からCFC（クロロフルオロカーボン）、HCFC（ハイドロクロロフルオロカーボン）等の塩素系冷媒から、HFC-134aを代表とする代替フロン〔HFC（ハイドロフルオロカーボン）〕及び炭化水素、二酸化炭素、アンモニア等の自然系冷媒に切り替えられつつある。

【0009】冷凍機用潤滑油は、冷凍機が冷媒を使用していることに起因して、通常の潤滑油に要求される潤滑性や耐熱性に優れること以外に、特殊な性能が要求される。具体的には、冷媒相溶性に優れること、電気絶縁性に優れること、加水分解安定性に優れること等が挙げられる。これらの必要性能に対して、従来の鉱油系潤滑油は冷媒相溶性に乏しいという欠点を有し、そのため冷媒との相溶性に優れるエーテル類又はエステル類が使用されるようになってきた。

【0010】エステル系の冷凍機用潤滑油としては、例えば、特開平3-128991号、特開平3-200895号等が開示がなされているように、ポリオールエステルが知られている。このポリオールエステルを用いて低粘度化を検討する場合、より分子量の小さい脂肪酸を用いたエステルが使用されるが、潤滑性や耐熱性などの必要性能が十分ではないという欠点が生じる。そのため、低粘度かつ要求性能を十分に満足するエステル系冷凍機用潤滑油が求められている。

【0011】また、環境汚染の観点から、その用途に拘わらずあらゆる潤滑油に対して生分解性を求める声が高まっている。これまで、生分解性潤滑油としては、植物油のほか、植物油由来の原料を使用したエステルが使用に供されてきた。例えば、菜種油、ネオペンチルポリオールのオレイン酸エステルなどが挙げられるが、これらの潤滑油は耐熱性が非常に弱く、タール化やコーク化が激しいという大きな欠点を有している。そのため生分解性を有し、且つ、耐熱性に優れる潤滑油が切望されている。

【0012】

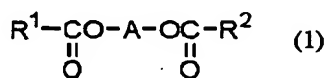
【発明が解決しようとする課題】このような状況の中で、本発明は、広範囲の温度領域で低粘度であり、耐熱性、潤滑性、低温流動性に優れ、高い生分解性を有する潤滑油を提供することを目的とする。

【0013】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、上記課題を達成すべく鋭意検討の結果、特定の脂肪族ジエステルを含有する潤滑油が、広範囲の温度領域で低粘度であることを見いだした。更に、該脂肪族ジエステルが耐熱性に優れ、各種用途の潤滑油として優れた性能を有していることを見だし、かかる知見に基づいて本発明を完成するに至った。

【0014】即ち、本発明に係る潤滑油は、一般式

(1) で表されるジエステルを含有することを特徴とする。



【式中、 R^1 、 R^2 は、同一又は異なって、炭素数3～17の直鎖状アルキル基を表す。Aは炭素数2～10の直鎖状又は1個若しくは2個の分岐鎖を有する脂肪族二

価アルコールの残基を表す。但し、Aが2個の分岐鎖を有する場合、2個の分岐鎖は同一の炭素原子に結合していないものとする。】

【0015】

【発明の実施の形態】本発明の潤滑油に係る一般式

(1) で表されるジエステル（以下、「本エステル」という。）は、所定の酸成分とアルコール成分とを常法に従って、好ましくは窒素等の不活性ガス雰囲気下、エステル化触媒の存在下又は無触媒下で加熱撹拌しながらフルエステル化することにより調製されるエステル化合物である。

【0016】本エステルの酸成分は、炭素数4～18の脂肪族直鎖状飽和モノカルボン酸であり、具体的には、 n -ブタン酸、 n -ペンタン酸、 n -ヘキサン酸、 n -ヘプタン酸、 n -オクタン酸、 n -ノナン酸、 n -デカン酸、 n -ウンデカン酸、 n -ドデカン酸、 n -トリデカン酸、 n -テトラデカン酸、 n -ペンタデカン酸、 n -ヘキサデカン酸、 n -ヘプタデカン酸、 n -オクタデカン酸が例示される。これらの中でも、耐熱性に優れ、低温粘度が低い点で、炭素数4～12の脂肪族直鎖状飽和モノカルボン酸が好ましく、具体的には、 n -ブタン酸、 n -ペンタン酸、 n -ヘキサン酸、 n -ヘプタン酸、 n -オクタン酸、 n -ノナン酸、 n -デカン酸、 n -ウンデカン酸、 n -ドデカン酸が例示され、特に、 n -ヘプタン酸、 n -オクタン酸、 n -ノナン酸、 n -デカン酸が推奨される。

【0017】上記酸成分は、単独でエステル化に供することが可能であり、又、2種以上の酸を混合して用いることも可能である。尚、2種以上の酸を混合してエステル化に用いた場合、得られるエステルには、1分子中に2種以上の酸に由来する基を含む混基エステルが含まれる。

【0018】本エステルのアルコール成分は、炭素数2～10の直鎖状又は1個若しくは2個の分岐鎖を有する脂肪族二価アルコールである。但し、2個の分岐鎖を有する場合、2個の分岐鎖は同一の炭素原子に結合していないものであり、従って本エステルのアルコール成分は、分子中にネオペンチル型構造を有するネオペンチルグリコールやトリメチロールプロパンといったネオペンチルポリオールを含まないものである。

【0019】本エステルのアルコール成分として、具体的には、エチレングリコール、1, 2-プロパンジオール、1, 3-プロパンジオール、2-メチル-1, 3-プロパンジオール、1, 3-ブタンジオール、1, 4-ブタンジオール、2-メチル-1, 4-ブタンジオール、1, 4-ペンタンジオール、1, 5-ペンタンジオール、2-メチル-1, 5-ペンタンジオール、3-メチル-1, 5-ペンタンジオール、1, 5-ヘキサンジオール、1, 6-ヘキサンジオール、2-メチル-1, 6-ヘキサン

ジオール、1, 6-ヘプタンジオール、1, 7-ヘプタンジオール、2-メチル-1, 7-ヘプタンジオール、3-メチル-1, 7-ヘプタンジオール、4-メチル-1, 7-ヘプタンジオール、1, 7-オクタンジオール、1, 8-オクタンジオール、2-メチル-1, 8-オクタンジオール、3-メチル-1, 8-オクタンジオール、4-メチル-1, 8-オクタンジオール、1, 8-ノナンジオール、1, 9-ノナンジオール、2-メチル-1, 9-ノナンジオール、3-メチル-1, 9-ノナンジオール、4-メチル-1, 9-ノナンジオール、5-メチル-1, 9-ノナンジオール、1, 10-デカンジオール、2-エチル-1, 3-ヘキサジオール、2, 4-ジエチル-1, 5-ペンタンジオールなどが例示される。

【0020】これらの中でも、耐熱性及び低温流動性に優れる点で、分岐鎖を1~2個有する炭素数4~6の脂肪族二価アルコールが好ましく、具体的には、2-メチル-1, 3-プロパンジオール、1, 3-ブタンジオール、2-メチル-1, 4-ブタンジオール、1, 4-ペンタンジオール、2-メチル-1, 5-ペンタンジオール、3-メチル-1, 5-ペンタンジオール、1, 5-ヘキサジオールが推奨され、特に、3-メチル-1, 5-ペンタンジオールが好ましい。

【0021】エステル化反応を行うに際し、酸成分は、例えば、アルコール成分1モルに対して2.0~3.0モル、好ましくは2.01~2.5モル程度用いられる。

【0022】エステル化触媒としては、ルイス酸類、アルカリ金属類、スルホン酸類等が例示され、具体的にルイス酸としてはアルミニウム誘導体、錫誘導体、チタン誘導体等が例示され、アルカリ金属類としてはナトリウムアルコキシド、カリウムアルコキシド等が例示され、更にスルホン酸類としてはパラトルエンスルホン酸、メタンスルホン酸、硫酸等が例示される。その使用量は、例えば原料である酸及びアルコールの総重量に対して0.05~1.0重量%程度用いられる。

【0023】エステル化温度としては、150~230℃が例示され、通常、3~30時間で反応は完結する。

【0024】エステル化反応終了後、過剰の原料を減圧下または常圧下にて留去する。引き続き、慣用の精製方法、例えば、中和、水洗、液液抽出、減圧蒸留、活性炭処理等の吸着精製等によりエステルを精製することが可能である。

【0025】本エステルの中でも、好ましいジエステルとしては、2-メチル-1, 3-プロパンジオール、1, 3-ブタンジオール、2-メチル-1, 4-ブタンジオール、1, 4-ペンタンジオール、2-メチル-1, 5-ペンタンジオール、3-メチル-1, 5-ペンタンジオール又は1, 5-ヘキサジオールと、炭素数7~10の脂肪族飽和直鎖状モノカルボン酸とのジエ

テルが例示される。

【0026】好ましいジエステルの具体例としては、2-メチル-1, 3-プロパンジオールと炭素数7~10の脂肪族飽和直鎖状モノカルボン酸とのジエステルとしては、2-メチル-1, 3-プロパンジオールジ(n-ヘプチル)、2-メチル-1, 3-プロパンジオールジ(n-オクチル)、2-メチル-1, 3-プロパンジオールジ(n-ノニル)、2-メチル-1, 3-プロパンジオールジ(n-デシル)が例示される。

【0027】1, 3-ブタンジオールと炭素数7~10の脂肪族飽和直鎖状モノカルボン酸とのジエステルとしては、1, 3-ブタンジオールジ(n-ヘプチル)、1, 3-ブタンジオールジ(n-オクチル)、1, 3-ブタンジオールジ(n-ノニル)、1, 3-ブタンジオールジ(n-デシル)が例示される。

【0028】2-メチル-1, 4-ブタンジオールと炭素数7~10の脂肪族飽和直鎖状モノカルボン酸とのジエステルとしては、2-メチル-1, 4-ブタンジオールジ(n-ヘプチル)、2-メチル-1, 4-ブタンジオールジ(n-オクチル)、2-メチル-1, 4-ブタンジオールジ(n-ノニル)、2-メチル-1, 4-ブタンジオールジ(n-デシル)が例示される。

【0029】1, 4-ペンタンジオールと炭素数7~10の脂肪族飽和直鎖状モノカルボン酸とのジエステルとしては、1, 4-ペンタンジオールジ(n-ヘプチル)、1, 4-ペンタンジオールジ(n-オクチル)、1, 4-ペンタンジオールジ(n-ノニル)、1, 4-ペンタンジオールジ(n-デシル)が例示される。

【0030】2-メチル-1, 5-ペンタンジオールと炭素数7~10の脂肪族飽和直鎖状モノカルボン酸とのジエステルとしては、2-メチル-1, 5-ペンタンジオールジ(n-ヘプチル)、2-メチル-1, 5-ペンタンジオールジ(n-オクチル)、2-メチル-1, 5-ペンタンジオールジ(n-ノニル)、2-メチル-1, 5-ペンタンジオールジ(n-デシル)が例示される。

【0031】3-メチル-1, 5-ペンタンジオールと炭素数7~10の脂肪族飽和直鎖状モノカルボン酸とのジエステルとしては、3-メチル-1, 5-ペンタンジオールジ(n-ヘプチル)、3-メチル-1, 5-ペンタンジオールジ(n-オクチル)、3-メチル-1, 5-ペンタンジオールジ(n-ノニル)、3-メチル-1, 5-ペンタンジオールジ(n-デシル)が例示される。

【0032】1, 5-ヘキサジオールと炭素数7~10の脂肪族飽和直鎖状モノカルボン酸とのジエステルとしては、1, 5-ヘキサジオールジ(n-ヘプチル)、1, 5-ヘキサジオールジ(n-オクチル)、1, 5-ヘキサジオールジ(n-ノニル)、1, 5-ヘキサジオールジ(n-デシル)が例示される。

【0033】上記の好ましいジエステルの中でも、耐熱性に優れる点で、3-メチル-1, 5-ペンタンジオールジ(n-ヘプチル)、3-メチル-1, 5-ペンタンジオールジ(n-オクチル)、3-メチル-1, 5-ペンタンジオールジ(n-ノニル)、3-メチル-1, 5-ペンタンジオールジ(n-デシル)が好ましく、更には低温流動性に優れる点で、特に、3-メチル-1, 5-ペンタンジオールジ(n-ヘプチル)、3-メチル-1, 5-ペンタンジオールジ(n-オクチル)が好ましい。

【0034】また、本エステルの内、炭素数7~10の脂肪族飽和直鎖状モノカルボン酸から選ばれる2種の脂肪酸と、2-メチル-1, 3-プロパンジオール、1, 3-ブタンジオール、2-メチル-1, 4-ブタンジオール、1, 4-ペンタンジオール、2-メチル-1, 5-ペンタンジオール、3-メチル-1, 5-ペンタンジオール若しくは1, 5-ヘキサンジオールから選ばれる1種の二価アルコールとのジエステルも好ましい。

【0035】これらの2種の脂肪酸を用いた好ましいジエステルの具体例として、2-メチル-1, 3-プロパンジオールを用いたジエステルとしては、2-メチル-1, 3-プロパンジオールとn-ヘプタン酸及びn-オクタン酸とのジエステル、2-メチル-1, 3-プロパンジオールとn-ヘプタン酸及びn-ノナン酸とのジエステル、2-メチル-1, 3-プロパンジオールとn-ヘプタン酸及びn-デカン酸とのジエステル、2-メチル-1, 3-プロパンジオールとn-オクタン酸及びn-ノナン酸とのジエステル、2-メチル-1, 3-プロパンジオールとn-オクタン酸及びn-デカン酸とのジエステル、2-メチル-1, 3-プロパンジオールとn-ノナン酸及びn-デカン酸とのジエステルなどが例示される。

【0036】同様に、2種の脂肪酸と1, 3-ブタンジオールを用いた好ましいジエステルとしては、1, 3-ブタンジオールとn-ヘプタン酸及びn-オクタン酸とのジエステル、1, 3-ブタンジオールとn-ヘプタン酸及びn-ノナン酸とのジエステル、1, 3-ブタンジオールとn-ヘプタン酸及びn-デカン酸とのジエステル、1, 3-ブタンジオールとn-オクタン酸及びn-ノナン酸とのジエステル、1, 3-ブタンジオールとn-オクタン酸及びn-デカン酸とのジエステル、1, 3-ブタンジオールとn-ノナン酸及びn-デカン酸とのジエステルが例示される。

【0037】2種の脂肪酸と2-メチル-1, 4-ブタンジオールを用いた好ましいジエステルとしては、2-メチル-1, 4-ブタンジオールとn-ヘプタン酸及びn-オクタン酸とのジエステル、2-メチル-1, 4-ブタンジオールとn-ヘプタン酸及びn-ノナン酸とのジエステル、2-メチル-1, 4-ブタンジオールとn-ヘプタン酸及びn-デカン酸とのジエステル、2-メ

チル-1, 4-ブタンジオールとn-オクタン酸及びn-ノナン酸とのジエステル、2-メチル-1, 4-ブタンジオールとn-オクタン酸及びn-デカン酸とのジエステル、2-メチル-1, 4-ブタンジオールとn-ノナン酸及びn-デカン酸とのジエステルが例示される。

【0038】2種の脂肪酸と1, 4-ペンタンジオールを用いた好ましいジエステルとしては、1, 4-ペンタンジオールとn-ヘプタン酸及びn-オクタン酸とのジエステル、1, 4-ペンタンジオールとn-ヘプタン酸及びn-ノナン酸とのジエステル、1, 4-ペンタンジオールとn-デカン酸とのジエステル、1, 4-ペンタンジオールとn-オクタン酸及びn-ノナン酸とのジエステル、1, 4-ペンタンジオールとn-オクタン酸及びn-デカン酸とのジエステル、1, 4-ペンタンジオールとn-ノナン酸及びn-デカン酸とのジエステルが例示される。

【0039】2種の脂肪酸と2-メチル-1, 5-ペンタンジオールを用いた好ましいジエステルとしては、2-メチル-1, 5-ペンタンジオールとn-ヘプタン酸及びn-オクタン酸とのジエステル、2-メチル-1, 5-ペンタンジオールとn-ヘプタン酸及びn-ノナン酸とのジエステル、2-メチル-1, 5-ペンタンジオールとn-ヘプタン酸及びn-デカン酸とのジエステル、2-メチル-1, 5-ペンタンジオールとn-オクタン酸及びn-ノナン酸とのジエステル、2-メチル-1, 5-ペンタンジオールとn-オクタン酸及びn-デカン酸とのジエステル、2-メチル-1, 5-ペンタンジオールとn-ノナン酸及びn-デカン酸とのジエステルが例示される。

【0040】2種の脂肪酸と3-メチル-1, 5-ペンタンジオールを用いた好ましいジエステルとしては、3-メチル-1, 5-ペンタンジオールとn-ヘプタン酸及びn-オクタン酸とのジエステル、3-メチル-1, 5-ペンタンジオールとn-ヘプタン酸及びn-ノナン酸とのジエステル、3-メチル-1, 5-ペンタンジオールとn-ヘプタン酸及びn-デカン酸とのジエステル、3-メチル-1, 5-ペンタンジオールとn-オクタン酸及びn-ノナン酸とのジエステル、3-メチル-1, 5-ペンタンジオールとn-オクタン酸及びn-デカン酸とのジエステル、3-メチル-1, 5-ペンタンジオールとn-ノナン酸及びn-デカン酸とのジエステルが例示される。

【0041】2種の脂肪酸と1, 5-ヘキサンジオールを用いた好ましいジエステルとしては、1, 5-ヘキサンジオールとn-ヘプタン酸及びn-オクタン酸とのジエステル、1, 5-ヘキサンジオールとn-ヘプタン酸及びn-ノナン酸とのジエステル、1, 5-ヘキサンジオールとn-ヘプタン酸及びn-デカン酸とのジエステル、1, 5-ヘキサンジオールとn-オクタン酸及びn-ノナン酸とのジエステル、1, 5-ヘキサンジオール

10

20

30

40

50

とn-オクタン酸及びn-デカン酸とのジエステル、
1, 5-ヘキサンジオールとn-ノナン酸及びn-デカン酸とのジエステルが例示される。

【0042】上記の2種の脂肪酸を用いた好ましいジエステルの中でも、耐熱性に優れる点で、3-メチル-1, 5-ペンタンジオールとn-ヘプタン酸及びn-オクタン酸とのジエステル、3-メチル-1, 5-ペンタンジオールとn-ヘプタン酸及びn-ノナン酸とのジエステル、3-メチル-1, 5-ペンタンジオールとn-ヘプタン酸及びn-デカン酸とのジエステル、3-メチル-1, 5-ペンタンジオールとn-オクタン酸及びn-ノナン酸とのジエステル、3-メチル-1, 5-ペンタンジオールとn-オクタン酸及びn-デカン酸とのジエステルが好ましい。

【0043】本発明の潤滑油は、本エステルの1種若しくは2種以上を含有する。

【0044】本エステルの全酸価としては0.1mg KOH/g以下、好ましくは0.05mg KOH/g以下であることが望ましい。全酸価が0.1mg KOH/g以下のときには耐熱性が向上する。全酸価は中和により調整可能である。

【0045】本エステルの水酸基価としては5mg KOH/g以下、好ましくは3mg KOH/g以下、更に好ましくは1mg KOH/g以下であることが望ましい。水酸基価が5mg KOH/g以下のときには耐熱性が向上する。水酸基価は、残存する水酸基を反応工程で十分に低減することにより調整可能である。

【0046】本エステルの硫酸灰分としては、30ppm以下、好ましくは10ppm以下であることが好ましい。硫酸灰分が30ppm以下のときには耐熱性が向上する。硫酸灰分は、本エステルの原料となる酸及び／又はアルコールとして硫酸灰分が低いもの（例えば、30ppm以下のもの）を用い、又、触媒として金属触媒を使用した場合、触媒自身及び触媒由来の有機金属化合物を中和、水洗、吸着精製にて十分に除去することで調整可能である。

【0047】本エステルのヨウ素価としては、1以下、好ましくは0.5以下、更に好ましくは0.1以下であることが好ましい。ヨウ素価が1以下のときは耐熱性が向上する。ヨウ素価は、本エステルの原料となる酸及び／又はアルコールとしてヨウ素価が低いもの（例えば、0.3以下のもの）を用いることで調整可能である。又、精製したヨウ素価が1以上のエステルを還元することでも調整可能である。

【0048】本エステルの中でも、0℃の動粘度が低く、耐熱性に優れる点で、分子量が320～400、好ましくは330～380であるものが推奨される。

【0049】本エステルの中でも、JIS-K-226

9に記載される流動点が-20℃以下であるものが好ましく、より低温での使用に適する点で-30℃以下、更には-40℃以下であるものが最も好ましい。

【0050】本エステルの中でも、JIS-K-2283に記載される粘度指数が150以上、好ましくは160以上、更には170以上であることが好ましい。粘度指数が150以上であるエステルは広範囲の温度領域で低粘度であり、耐熱性にも優れる。

【0051】本エステルは、本発明の潤滑油に40～100重量%、好ましくは60～100重量%、更に好ましくは80～100重量%含有される。

【0052】エンジン油、ギア油、自動変速機油、ショックアブソーバー油

本発明の潤滑油は、エンジン油、ギア油、自動変速機油及びショックアブソーバー油（以下「自動車用潤滑油」という。）として好適であり、本エステルを単独でまたは本エステル以外に他の潤滑油基油（以下「併用基油」という）、即ち、鉱物油（石油の精製によって得られる炭化水素油）、ポリ- α -オレフィン、ポリブテン、アルキルベンゼン、アルキルナフタレン、フィッシュアトロプシュ法（Fischer-Tropsch process）によって得られる合成炭化水素の異性化油などの合成炭化水素油、動植物油、有機酸エステル、ポリアルキレングリコール、ポリビニルエーテル、ポリフェニルエーテル、アルキルフェニルエーテル、シリコン油よりなる群から選ばれる1種若しくは2種以上の化合物を適宜併用することができる。

【0053】鉱物油としては、溶剤精製鉱油、水素化精製鉱油、ワックス異性化油が挙げられるが、通常、100℃における動粘度が1.0～15mm²/s、好ましくは2.0～10.0mm²/sの範囲にあるものが用いられる。

【0054】ポリ- α -オレフィンとしては、炭素数2～16の α -オレフィン（例えばエチレン、プロピレン、1-ブテン、1-ヘキセン、1-オクテン、1-デセン、1-ドデセン、1-テトラデセン、1-ヘキサデセン等）の重合体又は共重合体であって100℃における動粘度が1.0～15mm²/s、粘度指数が100以上のものが例示され、特に100℃における動粘度が1.5～10.0mm²/sで、粘度指数が120以上のものが好ましい。

【0055】ポリブテンとしては、イソブチレンを重合したもの、イソブチレンをノルマルブチレンと共重合したものが、一般に100℃の動粘度が2.0～40mm²/sの広範囲のものが挙げられる。

【0056】アルキルベンゼンとしては、炭素数1～40の直鎖又は分岐のアルキル基で置換された、分子量が200～450であるモノアルキルベンゼン、ジアルキルベンゼン、トリアルキルベンゼン、テトラアルキルベンゼン等が例示される。

【0057】アルキルナフタレンとしては、炭素数1～30の直鎖又は分岐のアルキル基で置換されたモノアルキルナフタレン、ジアルキルナフタレン等が例示される。

【0058】動植物油としては、牛脂、豚脂、パーム油、ヤシ油、ナタネ油、ヒマシ油、ヒマワリ油等が例示される。

【0059】本エステル以外の有機酸エステルとしては、脂肪酸モノエステル、脂肪酸二塩基酸ジエステル、ポリオールエステル及びその他のエステルが例示される。

【0060】脂肪酸モノエステルとしては、炭素数5～22の脂肪酸直鎖状又は分岐鎖状モノカルボン酸と炭素数3～22の直鎖状又は分岐鎖状の飽和若しくは不飽和の脂肪酸アルコールとのエステルが挙げられる。

【0061】脂肪酸二塩基酸ジエステルとしては、シュウ酸、マロン酸、コハク酸、グルタル酸、アジピン酸、ピメリン酸、スベリン酸、アゼライン酸、セバシン酸、1,9-ノナメチレンジカルボン酸、1,10-デカメチレンジカルボン酸等脂肪酸二塩基酸と若しくはその無水物と炭素数3～22の直鎖状又は分岐鎖状の飽和若しくは不飽和の脂肪酸アルコールとのフルエステルが挙げられる。

【0062】ポリオールエステルとしては、ネオペンチルグリコール、トリメチロールプロパン、ペンタエリスリトール、ジトリメチロールプロパン、ジペンタエリスリトール等のネオペンチルポリオールと炭素数3～22の直鎖状及び／又は分岐鎖状の飽和又は不飽和の脂肪酸とのフルエステルを使用することが可能である。

【0063】その他のエステルとしては、ダイマー酸、水添ダイマー酸などの重合脂肪酸と炭素数3～22の直鎖状若しくは分岐鎖状の飽和又は不飽和の脂肪酸アルコールとのエステルが挙げられる。

【0064】ポリアルキレングリコールとしては、アルコールと炭素数2～4の直鎖状若しくは分岐鎖状のアルキレンオキシサイドの開環重合体が例示される。アルキレンオキシサイドとしてはエチレンオキシサイド、プロピレンオキシサイド、ブチレンオキシサイドが挙げられ、これらの1種を用いた重合体、若しくは2種以上の混合物を用いた共重合体が可能である。又、片端又は両端の水酸基部分がエーテル化若しくはエステル化した化合物も使用可能である。重合体の動粘度としては、 $5.0 \sim 100.0 \text{ mm}^2/\text{s}$ (40℃)、好ましくは $5.0 \sim 50.0 \text{ mm}^2/\text{s}$ (40℃)である。

【0065】ポリビニルエーテルとしては、ビニルエーテルモノマーの重合によって得られる化合物であり、モノマーとしてはメチルビニルエーテル、エチルビニルエーテル、イソプロピルビニルエーテル、*n*-ブチルビニルエーテル、イソブチルビニルエーテル、*sec*-ブチルビニルエーテル、*tert*-ブチルビニルエーテル、

n-ペンチルビニルエーテル、*n*-ヘキシルビニルエーテル、2-メトキシエチルビニルエーテル、2-エトキシエチルビニルエーテル等が挙げられる。重合体の動粘度としては、 $5.0 \sim 100.0 \text{ mm}^2/\text{s}$ (40℃)、好ましくは $5.0 \sim 50.0 \text{ mm}^2/\text{s}$ (40℃)である。

【0066】ポリフェニルエーテルとしては、2個以上の芳香環のメタ位をエーテル結合又はチオエーテル結合でつないだ構造を有する化合物が挙げられ、具体的には、ビス(*m*-フェノキシフェニル)エーテル、*m*-ビス(*m*-フェノキシフェノキシ)ベンゼン、及びそれらの酸素の1個若しくは2個以上を硫黄に置換したチオエーテル類(通称C-エーテル)等が例示される。

【0067】アルキルフェニルエーテルとしては、ポリフェニルエーテルを炭素数6～18の直鎖状若しくは分岐鎖状のアルキル基で置換した化合物が挙げられ、特に1個以上のアルキル基で置換したアルキルジフェニルエーテルが好ましい。

【0068】シリコン油としては、ジメチルシリコン、メチルフェニルシリコンのほか、長鎖アルキルシリコン、フルオロシリコン等の変性シリコンが挙げられる。

【0069】本発明の潤滑油にこれらの併用基油を用いる場合、その含有量としては、潤滑油に対して5～60重量%が推奨される。

【0070】これらの併用基油の中でも、耐熱性及び潤滑性に優れる点で有機酸エステルが好ましく、特に、脂肪酸二塩基酸ジエステル及びポリオールエステルが好ましい。

【0071】特に好ましい脂肪酸二塩基酸ジエステルとしては、アジピン酸、アゼライン酸又はセバシン酸と、炭素数8～10の脂肪酸飽和直鎖状一価アルコール又は炭素数8～13の脂肪酸飽和分岐鎖状一価アルコールとのフルエステルが例示される。具体的には、アジピン酸ジ(*n*-オクチル)、アジピン酸ジ(*n*-ノニル)、アジピン酸ジ(*n*-デシル)、アジピン酸ジ(2-エチルヘキシル)、アジピン酸ジイソオクチル、アジピン酸ジイソノニル、アジピン酸ジ(3,5,5-トリメチルヘキシル)、アジピン酸ジイソデシル、アジピン酸ジイソウンデシル、アジピン酸ジイソドデシル、アジピン酸ジイソトリデシル、アゼライン酸ジ(*n*-オクチル)、アゼライン酸ジ(*n*-ノニル)、アゼライン酸ジ(*n*-デシル)、アゼライン酸ジ(2-エチルヘキシル)、アゼライン酸ジイソオクチル、アゼライン酸ジイソノニル、アゼライン酸ジ(3,5,5-トリメチルヘキシル)、アゼライン酸ジイソデシル、アゼライン酸ジイソウンデシル、アゼライン酸ジイソドデシル、アゼライン酸ジイソトリデシル、セバシン酸ジ(*n*-オクチル)、セバシン酸ジ(*n*-ノニル)、セバシン酸ジ(*n*-デシル)、セバシン酸ジ(2-エチルヘキシル)、セバシン酸ジイ

ソオクチル、セバシン酸ジイソノニル、セバシン酸ジ
(3, 5, 5-トリメチルヘキシル)、セバシン酸ジイ
ソデシル、セバシン酸ジイソウンデシル、セバシン酸ジ
イソドデシル、セバシン酸ジイソトリデシルが好まし
い。

【0072】これらの中でも、混合油の低温流動性に優
れる点で、アジピン酸ジ(2-エチルヘキシル)、アジ
ピン酸ジイソノニル、アジピン酸ジ(3, 5, 5-トリ
メチルヘキシル)、アジピン酸ジイソデシル、アジピン
酸ジイソトリデシル、アゼライン酸ジ(2-エチルヘキ
シル)、アゼライン酸ジイソノニル、アゼライン酸ジ
(3, 5, 5-トリメチルヘキシル)、アゼライン酸ジ
イソデシル、アゼライン酸ジイソトリデシル、セバシン
酸ジ(2-エチルヘキシル)、セバシン酸ジイソノニ
ル、セバシン酸ジ(3, 5, 5-トリメチルヘキシ
ル)、セバシン酸ジイソデシル、セバシン酸ジイソトリ
デシルが最も好ましい。

【0073】又、特に好ましいポリオールエステルとし
ては、ネオペンチルグリコール、トリメチロールプロパ
ン、ペンタエリスリトール又はジペンタエリスリトール
と、炭素数4~10の直鎖状及び／又は分岐鎖状の脂肪
酸とのフルエステルが例示される。具体的には、ネオペ
ンチルグリコール、トリメチロールプロパン、ペンタエ
リスリトール若しくはジペンタエリスリトールから選ば
れる1種若しくは2種以上の多価アルコールと、n-ブ
タン酸、n-ペンタン酸、n-ヘキサン酸、n-ヘプタ
ン酸、n-オクタン酸、n-ノナン酸、n-デカン酸、
イソブタン酸、イソペンタン酸、イソヘキサン酸、イソ
ヘプタン酸、イソオクタン酸、2-エチルヘキサン酸、
イソノナン酸、3, 5, 5-トリメチルヘキサン酸、イ
ソドデカン酸から選ばれる1種若しくは2種以上の脂肪族
モノカルボン酸から得られるフルエステルが好ましい。

【0074】これらの中でも、混合油の低温流動性に優
れる点で、ネオペンチルグリコールと炭素数5~10の
直鎖状及び／又は分岐鎖状の脂肪酸とのジエステルが最
も好ましい。

【0075】本発明に係る自動車用潤滑油に併用基油と
して脂肪族二塩基酸ジエステル及び／又はポリオールエ
ステルを併用する場合、その含有量としては、潤滑油に
対して10~60重量%が推奨され、特に20~40重
量%が好ましい。

【0076】本発明に係る自動車用潤滑油には、その性
能を向上させるために、酸化防止剤、金属清浄剤、無灰
分散剤、油性剤、摩耗防止剤、極圧剤、金属不活性剤、
防錆剤、粘度指数向上剤、流動点降下剤、消泡剤等の添
加剤の1種又は2種以上を適宜配合することも可能であ
る。配合量は、所定の効果を奏する限り特に限定される
ものではないが、その具体的な例を以下に示す。

【0077】酸化防止剤としては、2, 6-ジ-tert
-ブチル-p-クレゾール、4, 4'-メチレンビス 50

-2, 6-ジ-tert-ブチルフェノール等のフェノ
ール系、N-フェニル-α-ナフチルアミン、p, p'
-ジオクチルジフェニルアミン等のアミン系、フェノチ
アジン等の硫黄系化合物等が使用可能である。これらの
酸化防止剤は、通常、自動車用潤滑油に対して0.01
~5重量%、好ましくは0.05~3重量%添加するの
がよい。

【0078】金属清浄剤としては、Ca-石油スルフォ
ネート、過塩基性Ca-石油スルフォネート、Ca-アル
キルベンゼンスルフォネート、過塩基性Ca-アルキ
ルベンゼンスルフォネート、Ba-アルキルベンゼンス
ルフォネート、過塩基性Ba-アルキルベンゼンスル
フォネート、Mg-アルキルベンゼンスルフォネート、過
塩基性Mg-アルキルベンゼンスルフォネート、Na-
アルキルベンゼンスルフォネート、過塩基性Na-アル
キルベンゼンスルフォネート、Ca-アルキルナフタレ
ンスルフォネート、過塩基性Ca-アルキルナフタレ
ンスルフォネートなどの金属スルフォネート、Ca-フェ
ネート、過塩基性Ca-フェネート、Ba-フェネート
、過塩基性Ba-フェネートなどの金属フェネート、
Ca-サリシレート、過塩基性Ca-サリシレートなど
の金属サリシレート、Ca-フォスフォネート、過塩基
性Ca-フォスフォネート、Ba-フォスフォネート、
過塩基性Ba-フォスフォネートなどの金属フォスフォ
ネート、過塩基性Ca-カルボキシレート等が使用可能
である。これらの金属清浄剤は、通常、自動車用潤滑油
に対して1~10重量%、好ましくは2~7重量%添加
するのがよい。

【0079】無灰分散剤としては、ポリアルケニルコハ
ク酸イミド、ポリアルケニルコハク酸アミド、ポリアル
ケニルベンジルアミン、ポリアルケニルコハク酸エス
テル等が使用可能である。これらの無灰分散剤は、通常、
自動車用潤滑油に対して1~10重量%、好ましくは2
~7重量%添加するのがよい。

【0080】油性剤としては、ステアリン酸、オレイン
酸などの脂肪酸飽和及び不飽和モノカルボン酸、ダイマ
ー酸、水添ダイマー酸などの重合脂肪酸、リシノレイン
酸、12-ヒドロキシステアリン酸などのヒドロキシ脂
肪酸、ラウリルアルコール、オレイルアルコールなどの
脂肪酸飽和及び不飽和モノアルコール、ステアリルアミ
ン、オレイルアミンなどの脂肪酸飽和及び不飽和モノア
ミン、ラウリン酸アミド、オレイン酸アミドなどの脂肪
族飽和及び不飽和モノカルボン酸アミド等が使用可能で
ある。これらの油性剤は、通常、自動車用潤滑油に対し
て0.01重量%~5重量%、好ましくは0.1重量%
~3重量%添加するのがよい。

【0081】摩耗防止剤・極圧剤としては、トリクレジ
ルホスフェート、クレジルジフェニルホスフェート、アル
キルフェニルホスフェート類、トリブチルホスフェート
、ジブチルホスフェート等のリン酸エステル類、トリ

ブチルホスファイト、ジブチルホスファイト、トリイソプロピルホスファイト等の亜リン酸エステル類及びこれらのアミン塩等のリン系、硫化油脂、硫化オレイン酸などの硫化脂肪酸、ジベンジルジスルフィド、硫化オレフィン、ジアルキルジスルフィドなどの硫黄系、Zn-ジアルキルジチオホスフェート、Zn-ジアルキルジチオホスフェート、Mo-ジアルキルジチオホスフェート、Mo-ジアルキルジチオカルバメートなどの有機金属系化合物等が使用可能である。これらの摩耗防止剤は、通常、自動車用潤滑油に対して0.01重量%~10 0重量%、好ましくは0.1重量%~5重量%添加するのがよい。

【0082】金属不活性剤としては、ベンゾトリアゾール系、チアジアゾール系、没食子酸エステル系の化合物等が使用可能であり、これらの金属不活性剤は、通常、自動車用潤滑油に対して0.01~0.4重量%、好ましくは0.01~0.2重量%添加するのがよい。

【0083】防錆剤としては、ドデセニルコハク酸ハーフエステル、オクタデセニルコハク酸無水物、ドデセニルコハク酸アミドなどのアルキル又はアルケニルコハク酸誘導体、ソルピタンモノオレエート、グリセリンモノオレエート、ペンタエリスリトールモノオレエートなどの多価アルコール部分エステル、Ca-石油スルフォネート、Ca-アルキルベンゼンスルフォネート、Ba-アルキルベンゼンスルフォネート、Mg-アルキルベンゼンスルフォネート、Na-アルキルベンゼンスルフォネート、Zn-アルキルベンゼンスルフォネート、Ca-アルキルナフタレンスルフォネートなどの金属スルフォネート、ロジンアミン、N-オレイルザルコシンなどのアミン類、ジアルキルホスファイトアミン塩等が使用可能である。これらの防錆剤は、通常、自動車用潤滑油に対して0.01重量%~5重量%、好ましくは0.05~2重量%添加するのがよい。

【0084】粘度指数向上剤としては、ポリアルキルメタクリレート、ポリアルキルスチレン、ポリブテン、エチレン-プロピレン共重合体、スチレン-ジエン共重合体、スチレン-無水マレイン酸エステル共重合体などのオレフィン共重合体等が使用可能であり、これらの粘度指数向上剤は、通常、自動車用潤滑油に対して0.1~15重量%、好ましくは0.5~7重量%添加するのがよい。

【0085】流動点降下剤としては、塩素化パラフィンとアルキルナフタレンの縮合物、塩素化パラフィンとフェノールの縮合物、既述の粘度指数向上剤であるポリアルキルメタクリレート、ポリアルキルスチレン、ポリブテン等が使用可能であり、これらの流動点降下剤は、通常、自動車用潤滑油に対して0.01~5重量%、好ましくは0.1~3重量%添加するのがよい。

【0086】消泡剤としては、液状シリコーンが適しており、通常、自動車用潤滑油に対して0.0005~50

0.01重量%添加するのがよい。

【0087】本発明に係るエンジン油、ギヤ油、自動変速機油及びショックアブソーバー油は、従来公知の潤滑油と比べて耐熱性が同等又はそれ以上であり、且つ、低温での動粘度が低く、低温流動性に優れる。

【0088】軸受用潤滑油

また、本発明の潤滑油は、軸受用潤滑油として用いることができる。軸受用潤滑油として用いる場合、本エステルを単独で又は本エステルに他の併用基油を使用することが可能である。併用基油の具体例は、既述のエンジン油、ギヤ油、自動変速機油及びショックアブソーバー油において記載されたものと同一であり、それらから選ばれる1種若しくは2種以上の化合物を適宜併用することができる。

【0089】本発明の軸受用潤滑油にこれらの併用基油を用いる場合、その含有量としては、潤滑油に対して5~60重量%が推奨される。

【0090】併用基油の中でも、耐熱性及び潤滑性に優れる点で有機酸エステルが好ましく、更には、耐熱性及び低温粘度のバランスに優れる点で、特に、脂肪酸モノエステル、脂肪酸二塩基酸ジエステル及びポリオールエステルが好ましい。

【0091】特に好ましい脂肪酸モノエステルとしては、炭素数12~18の脂肪酸直鎖状モノカルボン酸と炭素数8~10の脂肪酸飽和直鎖状一価アルコール又は炭素数8~13の脂肪酸飽和分岐鎖状一価アルコールとのフルエステルが例示される。具体的には、n-ドデカン酸n-オクチル、n-ドデカン酸n-ノニル、n-ドデカン酸n-デシル、n-ドデカン酸2-エチルヘキシル、n-ドデカン酸イソオクチル、n-ドデカン酸イソノニル、n-ドデカン酸3, 5, 5-トリメチルヘキシル、n-ドデカン酸イソデシル、n-ドデカン酸イソウンデシル、n-ドデカン酸イソドデシル、n-ドデカン酸イソトリデシル、n-テトラデカン酸n-ノニル、n-テトラデカン酸n-デシル、n-テトラデカン酸2-エチルヘキシル、n-テトラデカン酸イソオクチル、n-テトラデカン酸イソノニル、n-テトラデカン酸3, 5, 5-トリメチルヘキシル、n-テトラデカン酸イソデシル、n-テトラデカン酸イソウンデシル、n-テトラデカン酸イソドデシル、n-テトラデカン酸イソトリデシル、n-ヘキサデカン酸n-ノニル、n-ヘキサデカン酸n-デシル、n-ヘキサデカン酸2-エチルヘキシル、n-ヘキサデカン酸イソオクチル、n-ヘキサデカン酸イソノニル、n-ヘキサデカン酸3, 5, 5-トリメチルヘキシル、n-ヘキサデカン酸イソデシル、n-ヘキサデカン酸イソウンデシル、n-ヘキサデカン酸イソドデシル、n-ヘキサデカン酸イソトリデシル、n-オクタデカン酸n-ノニル、n-オクタデカン酸n-デシル、n-オクタデカン酸2-エチルヘキシル、n-オクタデカン酸イソオクチル、n-オクタデカン酸イソ

ノニル、*n*-オクタデカン酸 3, 5, 5-トリメチルヘキシル、*n*-オクタデカン酸イソデシル、*n*-オクタデカン酸イソウンデシル、*n*-オクタデカン酸イソドデシル、*n*-オクタデカン酸イソトリデシルが好ましい。

【0092】これらの中でも、混合油の低温流動性に優れ、かつ、低温粘度が低い点で、*n*-ドデカン酸 2-エチルヘキシル、*n*-ドデカン酸イソオクチル、*n*-ドデカン酸イソノニル、*n*-ドデカン酸 3, 5, 5-トリメチルヘキシル、*n*-ドデカン酸イソデシル、*n*-テトラデカン酸 2-エチルヘキシル、*n*-テトラデカン酸イソオクチル、*n*-テトラデカン酸イソノニル、*n*-テトラデカン酸 3, 5, 5-トリメチルヘキシル、*n*-テトラデカン酸イソデシルが最も好ましい。

【0093】特に好ましい脂肪族二塩基酸ジエステルとしては、アジピン酸、アゼライン酸又はセバシン酸と、炭素数 8~10 の脂肪族飽和直鎖状一価アルコール又は炭素数 8~13 の脂肪族飽和分岐鎖状一価アルコールとのフルエステルが例示される。具体的には、アジピン酸ジ (*n*-オクチル)、アジピン酸ジ (*n*-ノニル)、アジピン酸ジ (*n*-デシル)、アジピン酸ジ (2-エチルヘキシル)、アジピン酸ジイソオクチル、アジピン酸ジイソノニル、アジピン酸ジ (3, 5, 5-トリメチルヘキシル)、アジピン酸ジイソデシル、アジピン酸ジイソウンデシル、アジピン酸ジイソドデシル、アジピン酸ジイソトリデシル、アゼライン酸ジ (*n*-オクチル)、アゼライン酸ジ (*n*-ノニル)、アゼライン酸ジ (*n*-デシル)、アゼライン酸ジ (2-エチルヘキシル)、アゼライン酸ジイソオクチル、アゼライン酸ジイソノニル、アゼライン酸ジ (3, 5, 5-トリメチルヘキシル)、アゼライン酸ジイソデシル、アゼライン酸ジイソウンデシル、アゼライン酸ジイソドデシル、アゼライン酸ジイソトリデシル、セバシン酸ジ (*n*-オクチル)、セバシン酸ジ (*n*-ノニル)、セバシン酸ジ (*n*-デシル)、セバシン酸ジ (2-エチルヘキシル)、セバシン酸ジイソオクチル、セバシン酸ジイソノニル、セバシン酸ジ (3, 5, 5-トリメチルヘキシル)、セバシン酸ジイソデシル、セバシン酸ジイソウンデシル、セバシン酸ジイソドデシル、セバシン酸ジイソトリデシルが好ましい。

【0094】これらの中でも、混合油の低温流動性に優れる点で、アジピン酸ジ (2-エチルヘキシル)、アジピン酸ジイソノニル、アジピン酸ジ (3, 5, 5-トリメチルヘキシル)、アジピン酸ジイソデシル、アジピン酸ジイソトリデシル、アゼライン酸ジ (2-エチルヘキシル)、アゼライン酸ジイソノニル、アゼライン酸ジ (3, 5, 5-トリメチルヘキシル)、アゼライン酸ジイソデシル、アゼライン酸ジイソトリデシル、セバシン酸ジ (2-エチルヘキシル)、セバシン酸ジイソノニル、セバシン酸ジ (3, 5, 5-トリメチルヘキシル)、セバシン酸ジイソデシル、セバシン酸ジイソトリ

デシルが最も好ましい。

【0095】又、特に好ましいポリオールエステルとしては、ネオペンチルグリコール、トリメチロールプロパン、ペンタエリスリトール又はジペンタエリスリトールと、炭素数 4~10 の直鎖状及び／又は分岐鎖状の脂肪酸とのフルエステルが例示される。具体的には、ネオペンチルグリコール、トリメチロールプロパン、ペンタエリスリトール若しくはジペンタエリスリトールから選ばれる 1 種若しくは 2 種以上の多価アルコールと、*n*-ブタン酸、*n*-ペンタン酸、*n*-ヘキサン酸、*n*-ヘプタン酸、*n*-オクタン酸、*n*-ノナン酸、*n*-デカン酸、イソブタン酸、イソペンタン酸、イソヘキサン酸、イソヘプタン酸、イソオクタン酸、2-エチルヘキサン酸、イソノナン酸、3, 5, 5-トリメチルヘキサン酸、イソデカン酸から選ばれる 1 種若しくは 2 種以上の脂肪族モノカルボン酸から得られるフルエステルが好ましい。

【0096】これらの中でも、混合油の低温流動性に優れる点で、ネオペンチルグリコールと炭素数 4~10 の直鎖状及び／又は分岐鎖状の脂肪酸とのジエステルが最も好ましい。

【0097】本発明に係る軸受用潤滑油に、併用基油として脂肪酸モノエステル、脂肪族二塩基酸エステル及び／又はポリオールエステルを併用する場合、その含有量としては、潤滑油に対して 10~60 重量%が推奨され、特に 20~40 重量%が好ましい。

【0098】本発明に係る軸受用潤滑油には、その性能を向上させるために、酸化防止剤、油性剤、摩耗防止剤、極圧剤、金属不活性剤、防錆剤、粘度指数向上剤、流動点降下剤、消泡剤等の添加剤の 1 種又は 2 種以上を適宜配合することも可能である。尚、これらの各添加剤の具体的な例と配合量は、既述の自動車用潤滑油において記載されたものと同じである。

【0099】本発明に係る軸受用潤滑油は、従来公知の潤滑油と比べて耐熱性が同等又はそれ以上であり、且つ、低温での動粘度が低く、低温流動性に優れる。

【0100】又、本発明の軸受用潤滑油は、各種の軸受装置に使用することが可能であり、焼結含油軸受、及び、流体軸受への使用に適する。更に、本発明の軸受用潤滑油は、種々の材質の軸受に使用することが可能である。具体的には、鉄系軸受、銅系軸受、鉛系軸受などが例示される。

【0101】冷凍機用潤滑油

更に、本発明の潤滑油は、冷凍機用潤滑油として用いることができる。冷凍機用潤滑油として用いる場合、特に、電気絶縁性、冷媒相溶性、加水分解安定性が重要な性能である。

【0102】本発明の冷凍機用潤滑油は、その体積固有抵抗率が $1 \times 10^1 \Omega \cdot \text{cm}$ 以上であることが好ましく、特に $1 \times 10^2 \Omega \cdot \text{cm}$ 以上、更に好ましくは $1 \times 10^3 \Omega \cdot \text{cm}$ 以上であることが推奨される。体積

固有抵抗率が $10^{11} \Omega \cdot \text{cm}$ に満たないときには、良好な電気絶縁性が得られにくくなる。

【0103】本発明の冷凍機用潤滑油は、冷媒との二層分離温度が 10°C 以下を有し、特に 0°C 以下、更に好ましくは -10°C 以下であることが望ましい。

【0104】本発明の冷凍機用潤滑油は、その水分含量が 100 ppm 以下、好ましくは 50 ppm 以下であることが好ましい。水分含量が 100 ppm 以下の場合、良好な加水分解安定性が得られる。潤滑油の水分含量は、通常、加温減圧下で脱水処理をすることにより調整可能である。

【0105】本発明に係る冷凍機用潤滑油は、本エステルを単独で又は本エステルに他の併用基油を使用することが可能である。併用基油の具体例は既述の自動車用潤滑油及び軸受用潤滑油において記載されたものと同一であり、それらから選ばれる1種若しくは2種以上の化合物を適宜併用することができる。

【0106】併用基油の中でも、低粘度であり、混合油の冷媒相溶性、電気絶縁性、加水分解安定性の性能バランスに優れる点で、ネオペンチルグリコールと炭素数4~10の直鎖状及び／又は分岐鎖状の脂肪酸とのジエステルが好ましい。

【0107】本発明に係る冷凍機用潤滑油には、その性能を向上させるために、酸化防止剤、摩耗防止剤、金属不活性化剤、消泡剤、加水分解抑制剤等の添加剤の1種又は2種以上を適宜配合することも可能である。配合量は、所定の効果を奏する限り特に限定されるものではないが、その具体的な例を以下に示す。

【0108】酸化防止剤としては、2, 6-ジ-tert-ブチル-p-クレゾール、4, 4'-メチレンビス-2, 6-ジ-tert-ブチルフェノール等のフェノール系、N-フェニル- α -ナフチルアミン、p, p'-ジオクチルジフェニルアミン等のアミン系、フェノチアジン等の硫黄系化合物等が使用可能である。これらの酸化防止剤は、通常、冷凍機用潤滑油に対して0.01~5重量%、好ましくは0.1~2重量%添加するのがよい。

【0109】摩耗防止剤としては、トリクレジルホスフェート、クレジルジフェニルホスフェート、アルキルフェニルホスフェート類、トリブチルホスフェート、ジブチルホスフェート等のリン酸エステル類、トリブチルホスファイト、ジブチルホスファイト、トリイソプロピルホスファイト等の亜リン酸エステル類及びこれらのアミン塩等が使用可能である。これらの摩耗防止剤は、通常、冷凍機用潤滑油に対して0.01~5重量%、好ましくは0.01~2重量%添加するのがよい。

【0110】金属不活性化剤としては、ベンゾトリアゾール系、チアジアゾール系の化合物等が使用可能であり、これらの金属不活性化剤は、通常、冷凍機用潤滑油に対し

2重量%添加するのがよい。

【0111】消泡剤としては、液状シリコンが適しており、通常、冷凍機用潤滑油に対して0.0005~0.01重量%添加するのがよい。

【0112】加水分解抑制剤としては、エポキシ化合物、例えば、アルキルグリシジルエーテル、アルキレングリコールグリシジルエーテル、フェニルグリシジルエーテル、脂環式エポキシ類、エポキシ植物油等が使用可能である。これらの加水分解抑制剤は、通常、冷凍機用潤滑油に対して0.05~5重量%、好ましくは0.2~2重量%添加するのがよい。

【0113】本発明に係る冷凍機用潤滑油は、種々の冷媒を用いる冷凍機の潤滑油として使用が可能である。これらの冷凍機の冷媒としては、炭化水素系冷媒、含ハロゲン炭化水素系冷媒、パーフルオロエーテル類等の含フッ素エーテル系冷媒、ジメチルエーテル等の非フッ素含有エーテル類、二酸化炭素、アンモニア等、又はこれらの混合物が用いられる。

【0114】本発明の潤滑油は、 40°C における動粘度が $5 \sim 32 \text{ mm}^2/\text{s}$ であることが好ましく、特に、 40°C における動粘度が $5 \sim 22 \text{ mm}^2/\text{s}$ であることが好ましい。更に、省電力性の点で 40°C における動粘度が $5 \sim 10 \text{ mm}^2/\text{s}$ であり、かつ、 0°C における動粘度が $15 \sim 40 \text{ mm}^2/\text{s}$ 、特に、 $15 \sim 35 \text{ mm}^2/\text{s}$ であることが好ましい。

【0115】

【実施例】以下に実施例を掲げて本発明を詳しく説明するが、本発明は実施例に限定されるものではない。また、各例における潤滑油の物理特性及び化学特性は以下の方法により評価した。

【0116】全酸価

JIS-K-2501に準拠して測定した。

【0117】動粘度

JIS-K-2283に準拠して、 0°C 、 40°C 、 100°C における動粘度を測定した。

【0118】粘度指数

JIS-K-2283に準拠して算出した。

【0119】低温流動性試験

JIS-K-2269に準拠して流動点を測定した。

【0120】潤滑油の耐熱性試験は、通常、酸化防止剤などの添加剤を加えて行われる。本潤滑油及び比較油も同一の添加剤を配合して耐熱性試験を行った。

【0121】耐熱性試験

実施例又は比較例の各々のエステルに対し、2, 6-ジ-tert-ブチル-p-クレゾール0.5重量%を添加溶解させて潤滑油（以下、この組成のものを「添加油」という）を調製した。次いで、内径53mm、高さ56mmの50mLビーカーに上記添加油2gを入れ、200mLビーカーで蓋をした後、オープン中 150°C で24時間加熱した。試験後、添加油の揮発量 [% = (試験

前の重量－試験後の重量) / 試験前の重量 × 100] を測定し、揮発量が少ないものほど耐熱性に優れると判断した。

【0122】電気絶縁性試験

JIS-C-2201に準拠して体積固有抵抗率を25℃にて測定した。

【0123】冷媒相溶性試験

JIS-K-2211に準拠し、試料油が10重量%となるように試料油と冷媒(HFC-134a)を加えて、-50～38℃での二層分離温度を測定した。温度が低いほど試料油と冷媒との相溶性に優れる。

【0124】加水分解安定性試験

内径6.6mm、高さ30cmのガラス試験管に、水分含量を約500ppmに調整した試料エステルを5.0g秤りとり。アスピレーターで脱気しながらその試験管を封じ、オープンに入れて175℃で24時間加熱する。その後試料エステルを取り出し、全酸価を測定し、全酸価の上昇の少ないものほど加水分解安定性が良好であると判断した。

【0125】生分解性試験

生分解性は修正MITI法に基づき、試料油、比較油30mgのそれぞれに基礎培養液300mL及び固形分として30ppmの活性汚泥(都市下水処理場からの汚水を人工下水にて順化したもの)を添加し、25℃で28日間攪拌し、生物学的酸素消費量(BOD)をクーロメーター(大倉電気社製)で測定し、その理論消費量(総酸素消費量:TOD)との比[(BOD/TOD) × 100 : %]を生分解率とした。本試験での生分解率が60%以上であるものは生分解性が良好であると判断した。尚、活性汚泥の生分解能を確認するために、標準物質であるアニリンが7日目で40%以上、14日目で65%以上の分解率を示すときのみ、有効な生分解性試験とした。

【0126】製造例1

攪拌器、温度計、冷却管付き水分分留受器を備えた1リットルの四ツ口フラスコにn-オクタン酸445.0g(3.09モル)、3-メチル-1,5-ペンタンジオール177g(1.5モル)、キシレン(酸及びアルコールの総量に対し5重量%)及び触媒として酸化スズ(酸及びアルコールの総量に対し0.2重量%)を仕込み、減圧にて220℃まで昇温した。理論的にできる水の量(54g)を目処にして生成した水を水分分留受器で除去しながらエステル化反応を約4時間行った。反応終了後、過剰の酸を蒸留で除去した。次いで、反応終了後の全酸価に対して過剰の苛性ソーダ水溶液で中和して、その後中性になるまで水洗した。次いで活性炭処理を行い、更に濾過をして3-メチル-1,5-ペンタンジオールジ(n-オクチル)を505g得た。得られたエステルの全酸価は0.01mgKOH/gであった。

【0127】製造例2

n-オクタン酸の代わりにn-ヘプタン酸401.7g(3.09モル)を使用した以外は、製造例1と同様の方法により、3-メチル-1,5-ペンタンジオールジ(n-ヘプチル)496gを得た。得られたエステルの全酸価は0.01mgKOH/gであった。

【0128】製造例3

n-オクタン酸の代わりにn-ヘプタン酸80.3g(0.618モル)及びn-オクタン酸356.0g(2.472モル)(n-ヘプタン酸:n-オクタン酸=20:80)を使用した以外は、製造例1と同様の方法により、3-メチル-1,5-ペンタンジオールとn-ヘプタン酸及びn-オクタン酸とのエステル(A)503gを得た。得られたエステルの全酸価は0.01mgKOH/gであった。

【0129】製造例4

n-オクタン酸の代わりにn-ヘプタン酸200.9g(1.545モル)及びn-オクタン酸222.5g(1.545モル)(n-ヘプタン酸:n-オクタン酸=50:50)を使用した以外は、製造例1と同様の方法により、3-メチル-1,5-ペンタンジオールとn-ヘプタン酸及びn-オクタン酸とのエステル(B)500gを得た。得られたエステルの全酸価は0.01mgKOH/gであった。

【0130】製造例5

n-オクタン酸の代わりにn-ヘプタン酸200.9g(1.545モル)及びn-ノナン酸244.1g(1.545モル)(n-ヘプタン酸:n-ノナン酸=50:50)を使用した以外は、製造例1と同様の方法により、3-メチル-1,5-ペンタンジオールとn-ヘプタン酸及びn-ノナン酸とのエステル508gを得た。得られたエステルの全酸価は0.01mgKOH/gであった。

【0131】製造比較例1

3-メチル-1,5-ペンタンジオールの代わりにネオペンチルグリコール156g(1.5モル)を使用した以外は、製造例1と同様の方法により、ネオペンチルグリコールジ(n-オクチル)500gを得た。得られたエステルの全酸価は0.01mgKOH/gであった。

【0132】製造比較例2

n-オクタン酸の代わりにn-ヘプタン酸401.7g(3.09モル)を、3-メチル-1,5-ペンタンジオールの代わりにネオペンチルグリコール156g(1.5モル)を使用した以外は、製造例1と同様の方法により、ネオペンチルグリコールジ(n-ヘプチル)463gを得た。得られたエステルの全酸価は0.01mgKOH/gであった。

【0133】製造比較例3

n-オクタン酸の代わりにn-ノナン酸488.2g(3.09モル)を、3-メチル-1,5-ペンタンジオールの代わりにネオペンチルグリコール156g

(1.5モル)を使用した以外は、製造例1と同様の方法により、ネオペンチルグリコールジ(n-ノニル)611gを得た。得られたエステルは0.01mgKOH/gであった。

【0134】製造例6

製造例1で得られた3-メチル-1,5-ペンタンジオールジ(n-オクチル)及びセバシン酸ジ(2-エチルヘキシル)(新日本理化学「サンソサイザーDOS」)を80:20(重量比)で混合し、混合油1を得た。混合油1の全酸価は0.01mgKOH/gであった。

【0135】製造例7

製造例1で得られた3-メチル-1,5-ペンタンジオールジ(n-オクチル)及びネオペンチルグリコール混合脂肪酸エステル(n-オクタン酸:n-デカン酸=6

第1表 エステルの動粘度、粘度指数、低温流動性、耐熱性

実施例	エステル			動粘度[mm ² /s]			粘度指数	流動点[°C]	耐熱性試験 (揮発量・%)
	製造例	エステル名	分子量	0°C	40°C	100°C			
実施例1	製造例1	3-メチル-1,5-ペンタンジオールジ(n-オクチル)	370	27	7.31	2.41	171	-45	1.4
実施例2	製造例2	3-メチル-1,5-ペンタンジオールジ(n-ヘプチル)	342	21	5.99	2.07	164	<-60	2.2
実施例3	製造例3	3-メチル-1,5-ペンタンジオールとn-ヘプタン酸及びn-オクタン酸とのエステル(A) (n-ヘプタン酸:n-オクタン酸=20:80)	365	26	7.00	2.33	169	-50	1.5
実施例4	製造例4	3-メチル-1,5-ペンタンジオールとn-ヘプタン酸及びn-オクタン酸とのエステル(B) (n-ヘプタン酸:n-オクタン酸=50:50)	356	24	6.66	2.23	162	<-60	1.7
実施例5	製造例5	3-メチル-1,5-ペンタンジオールとn-ヘプタン酸及びn-ノナン酸とのエステル (n-ヘプタン酸:n-ノナン酸=50:50)	370	27	7.37	2.41	167	-52.5	1.3
実施例6	製造例6	3-メチル-1,5-ペンタンジオールジ(n-オクチル)とセバシン酸ジ(2-エチルヘキシル)の混合物 (80:20)	-	29	7.88	2.53	167	-50	1.1
実施例7	製造例7	3-メチル-1,5-ペンタンジオールジ(n-オクチル)とネオペンチルグリコール混合脂肪酸エステルの混合物 (60:40)	-	30	7.62	2.38	140	-45	1.4
実施例8	製造例8	3-メチル-1,5-ペンタンジオールジ(n-ヘプチル)とn-テトラデカン酸2-エチルヘキシルの混合物 (70:30)	-	21	6.06	2.08	160	-35	2.2
比較例1	製造比較例1	ネオペンチルグリコールジ(n-オクチル)	356	30	6.90	2.20	132	-55	3.0
比較例2	製造比較例2	ネオペンチルグリコールジ(n-ヘプチル)	328	21	5.61	1.88	-*	<-60	6.0
比較例3	製造比較例3	ネオペンチルグリコールジ(n-ノニル)	384	37	8.63	2.56	133	-20	2.2

* 算出不可

【0139】実施例2

製造例2で得られた3-メチル-1,5-ペンタンジオールジ(n-ヘプチル)の動粘度、粘度指数、低温流動性試験、耐熱性試験の結果を第1表に示す。

【0140】実施例3

製造例3で得られた3-メチル-1,5-ペンタンジオールとn-ヘプタン酸及びn-オクタン酸とのエステル(A)の動粘度、粘度指数、低温流動性試験、耐熱性試験の結果を第1表に示す。

【0141】実施例4

製造例4で得られた3-メチル-1,5-ペンタンジオールとn-ヘプタン酸及びn-オクタン酸とのエステル(B)の動粘度、粘度指数、低温流動性試験、耐熱性試験の結果を第1表に示す。

0:40)を60:40(重量比)で混合し、混合油2を得た。混合油2の全酸価は0.01mgKOH/gであった。

【0136】製造例8

製造例2で得られた3-メチル-1,5-ペンタンジオールジ(n-ヘプチル)及びn-テトラデカン酸2-エチルヘキシルを70:30(重量比)で混合し、混合油3を得た。混合油3の全酸価は0.01mgKOH/gであった。

10 【0137】実施例1

製造例1で得られた3-メチル-1,5-ペンタンジオールジ(n-オクチル)の動粘度、粘度指数、低温流動性試験、耐熱性試験の結果を第1表に示す。

【0138】

【0142】実施例5

製造例5で得られた3-メチル-1,5-ペンタンジオールとn-ヘプタン酸及びn-ノナン酸とのエステルの動粘度、粘度指数、低温流動性試験、耐熱性試験の結果を第1表に示す。

【0143】実施例6

製造例6で得られた混合油1の動粘度、粘度指数、低温流動性試験、耐熱性試験の結果を第1表に示す。

【0144】実施例7

製造例7で得られた混合油2の動粘度、粘度指数、低温流動性試験、耐熱性試験の結果を第1表に示す。

【0145】実施例8

製造例8で得られた混合油3の動粘度、粘度指数、低温流動性試験、耐熱性試験の結果を第1表に示す。

【0146】比較例1

製造比較例1で得られたネオペンチルグリコールジ(n-オクチル)の動粘度、粘度指数、低温流動性試験、耐熱性試験の結果を第1表に示す。

【0147】比較例2

製造比較例2で得られたネオペンチルグリコールジ(n-ヘプチル)の動粘度、粘度指数、低温流動性試験、耐熱性試験の結果を第1表に示す。

【0148】比較例3

製造比較例2で得られたネオペンチルグリコールジ(n-10

第2表 エステルの冷媒相溶性、電気絶縁性、及び加水分解安定性

実施例	エステル		二層分離温度 [°C]	体積固有抵抗率 [Ω・cm]	加水分解安定性 (酸価上昇値、mgKOH/g)
	製造例	エステル名			
実施例9	製造例1	3-メチル-1,5-ヘンタジオール(n-オクチル)	-18	6.2×10^{12}	0.07
実施例10	製造例2	3-メチル-1,5-ヘンタジオール(n-ヘプチル)	-47	2.5×10^{12}	0.10
実施例11	製造例3	3-メチル-1,5-ヘンタジオールとn-ヘプタン酸及びn-オクタン酸とのエステル(A)(n-ヘプタン酸:n-オクタン酸=20:80)	-23	6.0×10^{12}	0.07
実施例12	製造例4	3-メチル-1,5-ヘンタジオールとn-ヘプタン酸及びn-オクタン酸とのエステル(B)(n-ヘプタン酸:n-オクタン酸=50:50)	-33	4.5×10^{12}	0.08
実施例13	製造例5	3-メチル-1,5-ヘンタジオールとn-ヘプタン酸及びn-ノナン酸とのエステル(n-ヘプタン酸:n-ノナン酸=50:50)	-18	7.0×10^{12}	0.11

【0151】実施例10

製造例2で得られた3-メチル-1,5-ペンタンジオールジ(n-ヘプチル)を、100℃、13.3MPaの条件で5時間脱水処理し、水分20ppmのエステルを得た。本エステルの冷媒相溶性試験、電気絶縁性試験、加水分解安定性試験の結果を第2表に示す。

【0152】実施例11

製造例3で得られた3-メチル-1,5-ペンタンジオールとn-ヘプタン酸及びn-オクタン酸とのエステル(A)を脱水処理し、水分16ppmのエステルを得た。本エステルの冷媒相溶性試験、電気絶縁性試験、加水分解安定性試験の結果を第2表に示す。

【0153】実施例12

製造例4で得られた3-メチル-1,5-ペンタンジオールとn-ヘプタン酸及びn-オクタン酸とのエステル

第3表 エステルの生分解性

実施例	エステル		生分解率 [%]
	製造例	エステル名	
実施例14	製造例1	3-メチル-1,5-ヘンタジオール(n-オクチル)	65
実施例15	製造例2	3-メチル-1,5-ヘンタジオール(n-ヘプチル)	72
実施例16	製造例3	3-メチル-1,5-ヘンタジオールとn-ヘプタン酸及びn-オクタン酸とのエステル(A)(n-ヘプタン酸:n-オクタン酸=20:80)	60
実施例17	製造例4	3-メチル-1,5-ヘンタジオールとn-ヘプタン酸及びn-オクタン酸とのエステル(B)(n-ヘプタン酸:n-オクタン酸=50:50)	61
実施例18	製造例5	3-メチル-1,5-ヘンタジオールとn-ヘプタン酸及びn-ノナン酸とのエステル(n-ヘプタン酸:n-ノナン酸=50:50)	63

【0157】本発明の潤滑油は、第1表で明らかなように、0℃及び40℃においてバランス良く低粘度であり、粘度指数が高いため、広い温度範囲で低粘度特性を有する。また、揮発量が少なく耐熱性に優れ、-40℃以下の流動点を有し低温流動性にも優れることがわかる。一方、ネオペンチルグリコールのような4級炭素を有する二価アルコールから得られるジエステルを使用し

ーノニル)の動粘度、粘度指数、低温流動性試験、耐熱性試験の結果を第1表に示す。

【0149】実施例9

製造例1で得られた3-メチル-1,5-ペンタンジオールジ(n-オクチル)を、100℃、13.3MPaの条件で5時間脱水処理し、水分12ppmのエステルを得た。本エステルの冷媒相溶性試験、電気絶縁性試験、加水分解安定性試験の結果を第2表に示す。

【0150】

20 (B)を、100℃、13.3MPaの条件で5時間脱水処理し、水分10ppmのエステルを得た。本エステルの冷媒相溶性試験、電気絶縁性試験、加水分解安定性試験の結果を第2表に示す。

【0154】実施例13

製造例5で得られた3-メチル-1,5-ペンタンジオールとn-ヘプタン酸及びn-ノナン酸とのエステルを、100℃、13.3MPaの条件で5時間脱水処理し、水分11ppmのエステルを得た。本エステルの冷媒相溶性試験、電気絶縁性試験、加水分解安定性試験の結果を第2表に示す。

【0155】実施例14~18

製造例1~5で得られたエステルの生分解性試験を行った。結果を第3表に示す。

【0156】

た潤滑油は、同一の分子量の場合でも、実施例の潤滑油に比べて低温粘度が高くなり揮発量も大きくなる。これに対して、低温粘度を低くした場合は耐揮発性に乏しくなり、逆に、耐揮発性を改善するために分子量を高いエステルを使用した場合は、低温粘度が非常に高くなり省エネルギーの観点で劣ってくる。

【0158】また、本発明の潤滑油は、第2表に示すよ

うに冷凍機油として優れた性能を示し、更には第3表に示すように良好な生分解性を有する。

【0159】

【発明の効果】本発明の潤滑油は耐熱性に優れ、かつ、広範囲の温度において低粘度であるため省エネルギー、省燃費性に優れた潤滑油となる。そのため、各種の潤滑

油、即ち、ガソリンエンジン油、ディーゼルエンジン油、ガスエンジン油、ギア油、自動変速機油、軸受用潤滑油、冷凍機用潤滑油のほか、ジェットエンジン油、油圧作動油、コンプレッサ油、ガスタービン油、グリース油、更には生分解性が必要とされる様々な潤滑油に適用が可能である。

【手続補正書】

【提出日】平成14年8月20日(2002. 8. 20)

【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0026

【補正方法】変更

【補正内容】

【0026】好ましいジエステルの具体例としては、2-メチル-1, 3-プロパンジオールと炭素数7~10の脂肪族飽和直鎖状モノカルボン酸とのジエステルとしては、2-メチル-1, 3-プロパンジオールジ(n-ヘプタノエート)、2-メチル-1, 3-プロパンジオールジ(n-オクタノエート)、2-メチル-1, 3-プロパンジオールジ(n-ノナノエート)、2-メチル-1, 3-プロパンジオールジ(n-デカノエート)が例示される。

【手続補正2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0027

【補正方法】変更

【補正内容】

【0027】1, 3-ブタンジオールと炭素数7~10の脂肪族飽和直鎖状モノカルボン酸とのジエステルとしては、1, 3-ブタンジオールジ(n-ヘプタノエート)、1, 3-ブタンジオールジ(n-オクタノエート)、1, 3-ブタンジオールジ(n-ノナノエート)、1, 3-ブタンジオールジ(n-デカノエート)が例示される。

【手続補正3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0028

【補正方法】変更

【補正内容】

【0028】2-メチル-1, 4-ブタンジオールと炭素数7~10の脂肪族飽和直鎖状モノカルボン酸とのジエステルとしては、2-メチル-1, 4-ブタンジオールジ(n-ヘプタノエート)、2-メチル-1, 4-ブタンジオールジ(n-オクタノエート)、2-メチル-1, 4-ブタンジオールジ(n-ノナノエート)、2-メチル-1, 4-ブタンジオールジ(n-デカノエート)が例示される。

【手続補正4】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0029

【補正方法】変更

【補正内容】

【0029】1, 4-ペンタンジオールと炭素数7~10の脂肪族飽和直鎖状モノカルボン酸とのジエステルとしては、1, 4-ペンタンジオールジ(n-ヘプタノエート)、1, 4-ペンタンジオールジ(n-オクタノエート)、1, 4-ペンタンジオールジ(n-ノナノエート)、1, 4-ペンタンジオールジ(n-デカノエート)が例示される。

【手続補正5】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0030

【補正方法】変更

【補正内容】

【0030】2-メチル-1, 5-ペンタンジオールと炭素数7~10の脂肪族飽和直鎖状モノカルボン酸とのジエステルとしては、2-メチル-1, 5-ペンタンジオールジ(n-ヘプタノエート)、2-メチル-1, 5-ペンタンジオールジ(n-オクタノエート)、2-メチル-1, 5-ペンタンジオールジ(n-ノナノエート)、2-メチル-1, 5-ペンタンジオールジ(n-デカノエート)が例示される。

【手続補正6】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0031

【補正方法】変更

【補正内容】

【0031】3-メチル-1, 5-ペンタンジオールと炭素数7~10の脂肪族飽和直鎖状モノカルボン酸とのジエステルとしては、3-メチル-1, 5-ペンタンジオールジ(n-ヘプタノエート)、3-メチル-1, 5-ペンタンジオールジ(n-オクタノエート)、3-メチル-1, 5-ペンタンジオールジ(n-ノナノエート)、3-メチル-1, 5-ペンタンジオールジ(n-デカノエート)が例示される。

【手続補正7】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0032

【補正方法】変更

【補正内容】

【0032】1, 5-ヘキサンジオールと炭素数7~10の脂肪族飽和直鎖状モノカルボン酸とのジエステルとしては、1, 5-ヘキサンジオールジ(n-ヘプタノエート)、1, 5-ヘキサンジオールジ(n-オクタノエート)、1, 5-ヘキサンジオールジ(n-ノナノエート)、1, 5-ヘキサンジオールジ(n-デカノエート)が例示される。

【手続補正8】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0033

【補正方法】変更

【補正内容】

【0033】上記の好ましいジエステルの中でも、耐熱性に優れる点で、3-メチル-1, 5-ペンタンジオールジ(n-ヘプタノエート)、3-メチル-1, 5-ペンタンジオールジ(n-オクタノエート)、3-メチル-1, 5-ペンタンジオールジ(n-ノナノエート)、3-メチル-1, 5-ペンタンジオールジ(n-デカノエート)が好ましく、更には低温流動性に優れる点で、特に、3-メチル-1, 5-ペンタンジオールジ(n-ヘプタノエート)、3-メチル-1, 5-ペンタンジオールジ(n-オクタノエート)が好ましい。

【手続補正9】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0126

【補正方法】変更

【補正内容】

【0126】製造例1

攪拌器、温度計、冷却管付き水分分留受器を備えた1リットルの四ツ口フラスコにn-オクタン酸445.0g(3.09モル)、3-メチル-1, 5-ペンタンジオール177g(1.5モル)、キシレン(酸及びアルコールの総量に対し5重量%)及び触媒として酸化スズ(酸及びアルコールの総量に対し0.2重量%)を仕込み、減圧にて220℃まで昇温した。理論的にできる水の量(54g)を目処にして生成した水を水分分留受器で除去しながらエステル化反応を約4時間行った。反応終了後、過剰の酸を蒸留で除去した。次いで、反応終了後の全酸価に対して過剰の苛性ソーダ水溶液で中和して、その後中性になるまで水洗した。次いで活性炭処理を行い、更に濾過をして3-メチル-1, 5-ペンタンジオールジ(n-オクタノエート)を505g得た。得られたエステルの全酸価は0.01mgKOH/gであった。

【手続補正10】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0127

【補正方法】変更

【補正内容】

【0127】製造例2

n-オクタン酸の代わりにn-ヘプタン酸401.7g(3.09モル)を使用した以外は、製造例1と同様の方法により、3-メチル-1, 5-ペンタンジオールジ(n-ヘプタノエート)496gを得た。得られたエステルの全酸価は0.01mgKOH/gであった。

【手続補正11】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0131

【補正方法】変更

【補正内容】

【0131】製造比較例1

3-メチル-1, 5-ペンタンジオールの代わりにネオペンチルグリコール156g(1.5モル)を使用した以外は、製造例1と同様の方法により、ネオペンチルグリコールジ(n-オクタノエート)500gを得た。得られたエステルの全酸価は0.01mgKOH/gであった。

【手続補正12】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0132

【補正方法】変更

【補正内容】

【0132】製造比較例2

n-オクタン酸の代わりにn-ヘプタン酸401.7g(3.09モル)を、3-メチル-1, 5-ペンタンジオールの代わりにネオペンチルグリコール156g(1.5モル)を使用した以外は、製造例1と同様の方法により、ネオペンチルグリコールジ(n-ヘプタノエート)463gを得た。得られたエステルの全酸価は0.01mgKOH/gであった。

【手続補正13】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0133

【補正方法】変更

【補正内容】

【0133】製造比較例3

n-オクタン酸の代わりにn-ノナン酸488.2g(3.09モル)を、3-メチル-1, 5-ペンタンジオールの代わりにネオペンチルグリコール156g(1.5モル)を使用した以外は、製造例1と同様の方法により、ネオペンチルグリコールジ(n-ノナノエート)611gを得た。得られたエステルの全酸価は0.01mgKOH/gであった。

【手続補正14】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0134

【補正方法】変更

【補正内容】

【0134】製造例6

製造例 1 で得られた 3-メチル-1, 5-ペンタンジオールジ (n-オクタノエート) 及びセバシン酸ジ (2-エチルヘキシル) (新日本理化学「サンソサイザード OS」) を 80:20 (重量比) で混合し、混合油 1 を得た。混合油 1 の全酸価は 0.01mgKOH/g であった。

【手続補正 15】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0135

【補正方法】変更

【補正内容】

【0135】製造例 7

製造例 1 で得られた 3-メチル-1, 5-ペンタンジオールジ (n-オクタノエート) 及びネオペンチルグリコール混合脂肪酸エステル (n-オクタン酸:n-デカン酸=60:40) を 60:40 (重量比) で混合し、混合油 2 を得た。混合油 2 の全酸価は 0.01mgKOH/g であった。

【手続補正 16】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0136

【補正方法】変更

【補正内容】

第 1 表 エステルの動粘度、粘度指数、低温流動性、耐熱性

実施例	エステル			動粘度[mm ² /s]			粘度指数	流動点 [°C]	耐熱性試験 (揮発量・%)
	製造例	エステル名	分子量	0°C	40°C	100°C			
実施例 1	製造例 1	3-メチル-1,5-ペンタンジオールジ (n-オクタノエート)	370	27	7.31	2.41	171	-45	1.4
実施例 2	製造例 2	3-メチル-1,5-ペンタンジオールジ (n-ヘプタノエート)	342	21	5.99	2.07	164	<-60	2.2
実施例 3	製造例 3	3-メチル-1,5-ペンタンジオールと n-ヘプタノ酸及び n-オクタン酸とのエステル (A) (n-ヘプタノ酸:n-オクタン酸=20:80)	365	26	7.00	2.33	169	-50	1.5
実施例 4	製造例 4	3-メチル-1,5-ペンタンジオールと n-ヘプタノ酸及び n-オクタン酸とのエステル (B) (n-ヘプタノ酸:n-オクタン酸=50:50)	366	24	6.66	2.23	162	<-60	1.7
実施例 5	製造例 5	3-メチル-1,5-ペンタンジオールと n-ヘプタノ酸及び n-オクタン酸とのエステル (n-ヘプタノ酸:n-オクタン酸=50:50)	370	27	7.37	2.41	167	-52.5	1.3
実施例 6	製造例 6	3-メチル-1,5-ペンタンジオールジ (n-オクタノエート) とセバシン酸ジ (2-エチルヘキシル) の混合物 (80:20)	-	29	7.88	2.53	167	-50	1.1
実施例 7	製造例 7	3-メチル-1,5-ペンタンジオールジ (n-オクタノエート) とネオペンチルグリコール混合脂肪酸エステルの混合物 (60:40)	-	30	7.62	2.38	140	-45	1.4
実施例 8	製造例 8	3-メチル-1,5-ペンタンジオールジ (n-ヘプタノエート) と n-テトラデカン酸 2-エチルヘキシルの混合物 (70:30)	-	21	6.06	2.08	160	-35	2.2
比較例 1	製造比較例 1	ネオペンチルグリコールジ (n-オクタノエート)	356	30	6.90	2.20	132	-55	3.0
比較例 2	製造比較例 2	ネオペンチルグリコールジ (n-ヘプタノエート)	328	21	5.61	1.88	-*	<-60	6.0
比較例 3	製造比較例 3	ネオペンチルグリコールジ (n-ヘプタノエート)	384	37	8.63	2.56	133	-20	2.2

* 算出不可

【手続補正 19】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0139

【補正方法】変更

【補正内容】

【0139】実施例 2

【0136】製造例 8

製造例 2 で得られた 3-メチル-1, 5-ペンタンジオールジ (n-ヘプタノエート) 及び n-テトラデカン酸 2-エチルヘキシルを 70:30 (重量比) で混合し、混合油 3 を得た。混合油 3 の全酸価は 0.01mgKOH/g であった。

【手続補正 17】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0137

【補正方法】変更

【補正内容】

【0137】実施例 1

製造例 1 で得られた 3-メチル-1, 5-ペンタンジオールジ (n-オクタノエート) の動粘度、粘度指数、低温流動性試験、耐熱性試験の結果を第 1 表に示す。

【手続補正 18】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0138

【補正方法】変更

【補正内容】

【0138】

製造例 2 で得られた 3-メチル-1, 5-ペンタンジオールジ (n-ヘプタノエート) の動粘度、粘度指数、低温流動性試験、耐熱性試験の結果を第 1 表に示す。

【手続補正 20】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0146

【補正方法】変更

【補正内容】

【0146】比較例1

製造比較例1で得られたネオペンチルグリコールジ（n-オクタノエート）の動粘度、粘度指数、低温流動性試験、耐熱性試験の結果を第1表に示す。

【手続補正21】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0147

【補正方法】変更

【補正内容】

【0147】比較例2

製造比較例2で得られたネオペンチルグリコールジ（n-ヘプタノエート）の動粘度、粘度指数、低温流動性試験、耐熱性試験の結果を第1表に示す。

【手続補正22】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0148

【補正方法】変更

【補正内容】

【0148】比較例3

第2表 エステルの冷媒相溶性、電気絶縁性、及び加水分解安定性

実施例	エステル		二層分離温度 [℃]	体積固有抵抗率 [Ω・cm]	加水分解安定性 (酸価上昇値, mgKOH/g)
	製造例	エステル名			
実施例9	製造例1	3-メチル-1,5-ヘンタノールジ（ <u>n-オクタノエート</u> ）	-18	6.2×10^{12}	0.07
実施例10	製造例2	3-メチル-1,5-ヘンタノールジ（ <u>n-ヘプタノエート</u> ）	-47	2.5×10^{12}	0.10
実施例11	製造例3	3-メチル-1,5-ヘンタノールとn-ヘプタン酸及びn-オクタノ酸とのエステル(A)（ <u>n-ヘプタン酸：n-オクタノ酸=20:80</u> ）	-23	6.0×10^{12}	0.07
実施例12	製造例4	3-メチル-1,5-ヘンタノールとn-ヘプタン酸及びn-オクタノ酸とのエステル(B)（ <u>n-ヘプタン酸：n-オクタノ酸=50:50</u> ）	-33	4.5×10^{12}	0.08
実施例13	製造例5	3-メチル-1,5-ヘンタノールとn-ヘプタン酸及びn-ノナン酸とのエステル（ <u>n-ヘプタン酸：n-ノナン酸=50:50</u> ）	-16	7.0×10^{12}	0.11

【手続補正25】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0151

【補正方法】変更

【補正内容】

【0151】実施例10

製造例2で得られた3-メチル-1,5-ヘンタノールジ（n-ヘプタノエート）を、100℃、13.3 MPaの条件で5時間脱水処理し、水分20ppmのエ

製造比較例2で得られたネオペンチルグリコールジ（n-ノナノエート）の動粘度、粘度指数、低温流動性試験、耐熱性試験の結果を第1表に示す。

【手続補正23】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0149

【補正方法】変更

【補正内容】

【0149】実施例9

製造例1で得られた3-メチル-1,5-ヘンタノールジ（n-オクタノエート）を、100℃、13.3 MPaの条件で5時間脱水処理し、水分12ppmのエステルを得た。本エステルの冷媒相溶性試験、電気絶縁性試験、加水分解安定性試験の結果を第2表に示す。

【手続補正24】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0150

【補正方法】変更

【補正内容】

【0150】

ステルを得た。本エステルの冷媒相溶性試験、電気絶縁性試験、加水分解安定性試験の結果を第2表に示す。

【手続補正26】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0156

【補正方法】変更

【補正内容】

【0156】

第3表 エステルの生分解性

実施例	エステル		生分解率 [%]
	製造例	エステル名	
実施例14	製造例1	3-メチル-1,5-ヘンタノールジ（ <u>n-オクタノエート</u> ）	65
実施例15	製造例2	3-メチル-1,5-ヘンタノールジ（ <u>n-ヘプタノエート</u> ）	72
実施例16	製造例3	3-メチル-1,5-ヘンタノールとn-ヘプタン酸及びn-オクタノ酸とのエステル(A)（ <u>n-ヘプタン酸：n-オクタノ酸=20:80</u> ）	60
実施例17	製造例4	3-メチル-1,5-ヘンタノールとn-ヘプタン酸及びn-オクタノ酸とのエステル(B)（ <u>n-ヘプタン酸：n-オクタノ酸=50:50</u> ）	61
実施例18	製造例5	3-メチル-1,5-ヘンタノールとn-ヘプタン酸及びn-ノナン酸とのエステル（ <u>n-ヘプタン酸：n-ノナン酸=50:50</u> ）	63

フロントページの続き

(51) Int. Cl.⁷

識別記号

F I

タームコード (参考)

C 1 0 N 40:04
40:08
40:12
40:13
40:25
40:30
50:10

C 1 0 N 40:04
40:08
40:12
40:13
40:25
40:30
50:10

(72) 発明者 富澤 廣隆

京都府京都市伏見区葭島矢倉町13番地 新
日本理化株式会社内

Fターム(参考) 4H104 BB34 LA01 LA04 LA20 PA01
PA02 PA03 PA05 PA07 PA08
PA20 PA41 QA18